

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    2 月 2 6 日  
Date of Application:

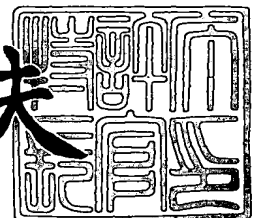
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 0 4 9 0 6 0  
Application Number:  
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 3 - 0 4 9 0 6 0 ]

出      願      人                      大日本インキ化学工業株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 0 月    1 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 PX020591

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 19/42  
C09K 19/12  
C09K 19/14

【発明者】

    【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 2 3 0 2 - 3 - 2 0 5

    【氏名】 中田 秀俊

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都板橋区高島平 1 - 6 7 - 1 2

    【氏名】 竹内 清文

【特許出願人】

    【識別番号】 000002886

    【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100088764

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 高橋 勝利

    【電話番号】 03-5203-7754

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 008257

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 0214178

【プルーフの要否】 要

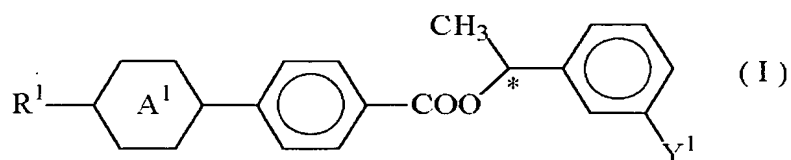
【書類名】 明細書

【発明の名称】 液晶組成物及び液晶表示素子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 第 1 成分として一般式 (I)、

【化 1】



(式中、 $R^1$ は炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、 $CH_3$ 又は $CF_3$ を有することができ、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上の $CH_2$ 基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよく、

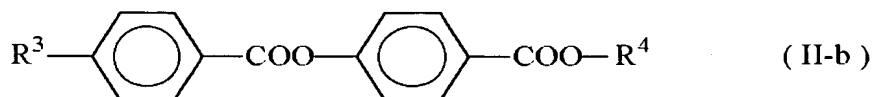
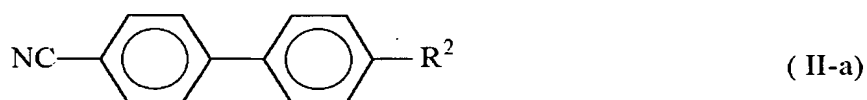
$A^1$ は、1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基を表し、

$Y^1$ は、水素原子、 $CH_3$ 、 $OCH_3$ 、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ を表す。)

で表される光学活性化合物を5～15質量%含有し、

第 2 成分として、一般式 (II-a) 及び (II-b)

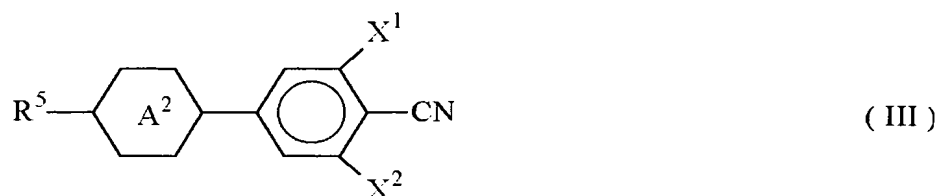
【化 2】



(式中、 $R^2$ 、 $R^3$ 、及び $R^4$ は各々独立して、炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、 $CH_3$ 又は $CF_3$ を有することができるが、 $R^2$ 及び $R^4$ は少なくとも一つ以上の不斉炭素原子を有し、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上の $CH_2$ 基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよい。)

で表され、且つ第1成分と螺旋ねじれの方が同一であり、ネマティック液晶に添加したときに誘起される自然ピッチの温度依存性の符号が第1成分と異なる光学活性化合物群から少なくとも一種以上を3~15質量%含有し、  
第3成分として、一般式 (III)、

## 【化3】



(式中、R<sup>5</sup>は炭素原子数1~10のアルキル基、炭素原子数2~10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、0原子が相互に直接結合しないものとして、0、CO又はCOOで置換されていてもよく、

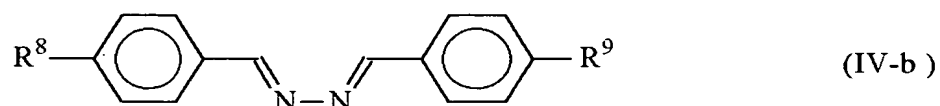
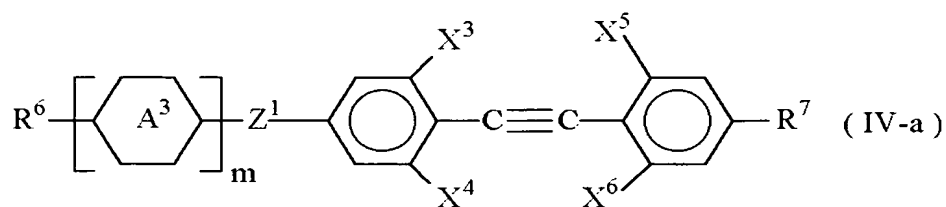
A<sup>2</sup>は1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基を表し、該1,4-フェニレン基、は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、又はClを有することができ、

X<sup>1</sup>、X<sup>2</sup>は各々独立して、水素原子、フッ素原子、Clを表す。)

で表される化合物を20~50質量%含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項2】 第4成分として、一般式 (IV-a) 及び (IV-b)

## 【化4】



(式中、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>及びR<sup>9</sup>は各々独立して、炭素原子数1~10のアルキル基、炭素原子数2~10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、0原子が相互に直接結合しないものとして、0

、CO又はCOOで置換されていてもよく、

Z<sup>1</sup>は、単結合、-CO-、-COO-、-OCO-、-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-を表し、

X<sup>3</sup>、X<sup>4</sup>、X<sup>5</sup>及びX<sup>6</sup>は各々独立して、水素原子、フッ素原子、Cl、CH<sub>3</sub>を表し、

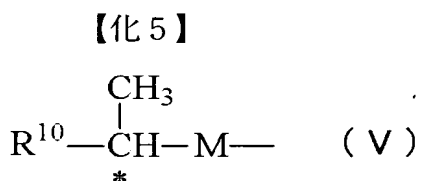
mは0又は1である。)

で表される化合物群から少なくとも一種以上を20～60質量%含有する請求項1記載の液晶組成物。

【請求項3】 一般式 (III)、一般式 (IV-a) 及び一般式 (IV-b) で表される化合物の含有量の合計が50質量%以上である、請求項2記載の液晶組成物。

【請求項4】 請求項1記載の一般式 (III) の化合物において、R<sup>5</sup>が炭素数2～3のアルキル基又はアルケニル基である化合物が、一般式 (IV) の化合物中70質量%以上であることを特徴とする請求項1、2又は3記載の液晶組成物。

【請求項5】 請求項1記載の一般式 (II-a) 及び (II-b) の化合物において、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>が各々独立して一般式 (V)



(式中、R<sup>10</sup>は炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、

Mは炭素原子数1～5のアルキル基、アルコキシ基を表す。)

であることを特徴とする請求項1、2、3又は4記載の液晶組成物。

【請求項6】 請求項1記載の一般式 (I) の化合物において、R<sup>1</sup>が炭素数2～6のアルケニルオキシ基、A<sup>1</sup>が1,4-フェニレン基であることを特徴とする、請求項1、2、3、4又は5記載の液晶組成物。

【請求項7】 25℃における自然ピッチが0.1～3μmであることを特徴とする請求項1、2、3、4、5又は6記載の液晶組成物。

【請求項8】 請求項1～7記載の液晶組成物を用いた液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、双安定型液晶表示素子において、自然ピッチ及び選択反射波長の温度変化が小さく、少ない光学活性化合物の添加量で所望の選択反射波長が得られ、液晶温度範囲が広い液晶組成物、及びこれらを用いた液晶表示素子に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

双安定型液晶表示素子では捻れ配向を誘起させるために、非光学活性な液晶組成物中に液晶骨格を有する光学活性化合物が添加されている。光学活性化合物の含有率C(質量%)を上げると自然ピッチP( $\mu\text{m}$ )は小さくなることや、含有率が数十質量%程度までの含有率範囲では、PとCの積が一定という関係が良く成り立つことが知られている。このため、 $1/(P \cdot 0.01C)$  はヘリカルツイスティングパワー(以下HTPと言う)と定義され、この値は光学活性化合物固有の捻れ力の評価パラメータとして使用されている。

## 【0003】

また双安定型液晶では、螺旋軸が基板に対して垂直であるプレーナー状態においてブラッグの反射理論に基づく選択反射が生じ、その波長は(式-1)

## 【数1】

$$\lambda = n \times P \quad (\text{式-1})$$

## 【0004】

(式中 $\lambda$ は選択反射波長、nは液晶の平均屈折率、Pはピッチを表す。)

で表される。双安定特性を得るためには自然ピッチを約 $3\mu\text{m}$ 以下、可視光の選択反射波長を得るためには自然ピッチを $0.5\mu\text{m}$ 以下にする必要があるため、非常に多量の光学活性化合物の添加が必要となる。また、自然ピッチには温度依存性があるため、温度によって自然ピッチ及び選択反射波長が変動してしまう。そのため温度変化により表示品位、動作電圧等に変化が生じてしまう。また、多量の光学活性化合物を添加すると液晶温度範囲が狭くなる傾向にある。そのため、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性の小さく、且つ光学活性化合物の添加量が

少なく液晶温度範囲の広い双安定型液晶組成物が望まれていた。

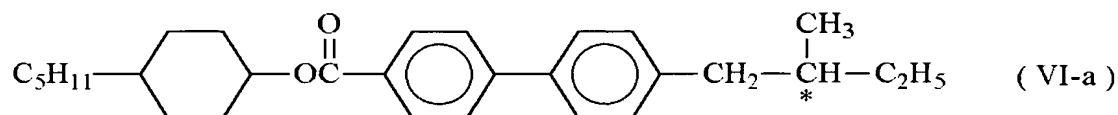
# 【0005】

これを解決するため、光学活性化合物の螺旋誘起方向が左と右の両者を併用する手法が開示されているが（特許文献1参照）、この手法では螺旋誘起力が相殺される部分が発生するため効率的でなく、それに伴い光学活性化合物の添加量が増すため液晶温度範囲が狭くなってしまう問題点を有していた。

# 【0006】

自然ピッチの温度依存性が正の光学活性化合物と負の化合物を組み合わせる例は既に関示されている（特許文献2参照）。具体的には温度依存性が正である式(VI-a)の化合物と、負である式(VI-b)の化合物を併用する組成物が記載されている。

## 【化6】



## 【化7】



しかしながら、20℃における式(VI-a)の化合物のHTP値は5～6、式(VI-b)の化合物のHTP値は1～2であり非常に小さく、これらの光学活性化合物を用いて双安定性液晶を得るには、光学活性化合物を約80質量%添加量しなければならない。これだけ多量の光学活性化合物を添加することは実際には不可能であり、たとえ添加できたとしてもその液晶温度範囲は非常に狭いものである。

# 【0007】

また、自然ピッチ、選択反射波長、及びその温度特性は光学活性化合物と、非光学活性な液晶組成物との組み合わせによっても変化するが、その最適な組成系はこれまでほとんど検討されていなかった。

## 【特許文献1】

特開昭55-38869号公報（請求項1）

## 【特許文献2】

特開平 7-258641 号公報 (P. 23 実施例 1)

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明における課題は、双安定型液晶表示素子において、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性が小さく、少ない光学活性化合物の添加量で所望の選択反射波長が得られ、液晶温度範囲の広い液晶組成物、また該液晶組成物を用いた双安定型液晶表示素子を提供することにある。

【0009】

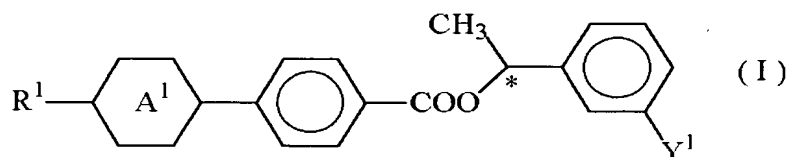
【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するために次に述べる液晶組成物、およびこれを使用した液晶表示素子を提供する。

【0010】

すなわち本発明は、第 1 成分として一般式 (I)、

【化 8】



(式中、 $R^1$ は炭素原子数1~10のアルキル基、炭素原子数2~10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、 $CH_3$ 又は $CF_3$ を有することができ、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上の $CH_2$ 基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよく、

$A^1$ は、1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基を表し、

$Y^1$ は、水素原子、 $CH_3$ 、 $OCH_3$ 、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ を表す。)

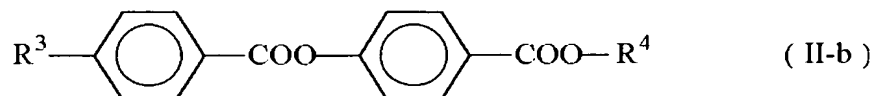
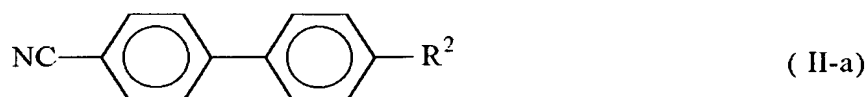
で表される光学活性化合物を5~15質量%含有し、

【0011】

第 2 成分として、一般式 (II-a) 又は (II-b)



## 【化 9】



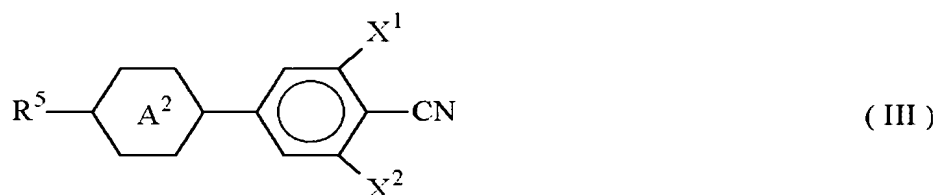
(式中、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、及びR<sup>4</sup>は各々独立して、炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、CH<sub>3</sub>又はCF<sub>3</sub>を有することができるが、R<sup>2</sup>及びR<sup>4</sup>は少なくとも一つ以上の不斉炭素原子を有し、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよい。)

で表され、且つ第1成分と螺旋ねじれの方が同一であり、ネマティック液晶に添加したときに誘起される自然ピッチの温度依存性の符号が第1成分と異なる光学活性化合物群から少なくとも一つ以上を3～15質量%含有し、

## 【0012】

第3成分として、一般式 (III)、

## 【化 10】



## 【0013】

(式中、R<sup>5</sup>は炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよく、

A<sup>2</sup>は1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基を表し、該1,4-フェニレン基、は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、又はClを有することができ、

X<sup>1</sup>、X<sup>2</sup>は各々独立して、水素原子、フッ素原子、Clを表す。)

で表される化合物を20～50質量%含有することを特徴とする液晶組成物である。

また本発明は、この液晶組成物を使用した双安定型液晶表示素子である。

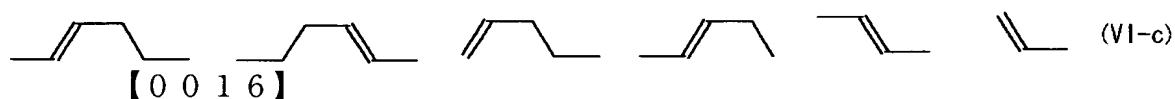
【0014】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の一例について説明する。第1成分である一般式(I)の化合物のY<sup>1</sup>としては、水素原子、CH<sub>3</sub>、OCH<sub>3</sub>、CF<sub>3</sub>、OCF<sub>3</sub>が好ましく、水素原子、OCH<sub>3</sub>がより好ましい。A<sup>1</sup>としては、1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基が好ましく、1,4-フェニレン基がより好ましい。R<sup>1</sup>としては、炭素原子数1～6のアルキル基、炭素原子数2～6のアルケニル基(基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、Oで置換されていてもよい)が好ましく、式(VI-c)

【0015】

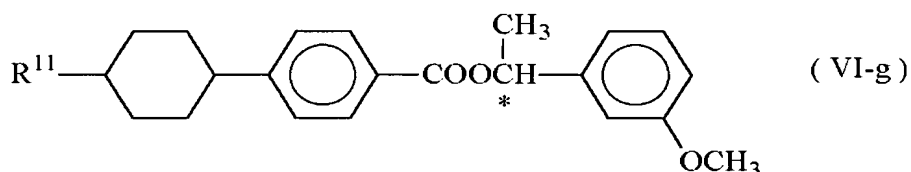
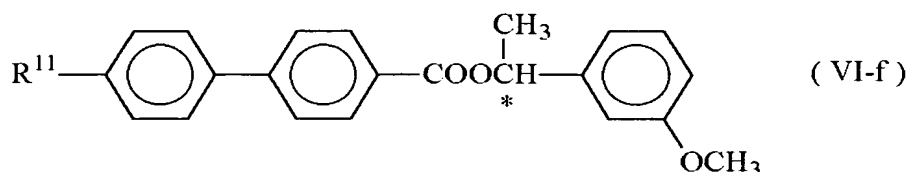
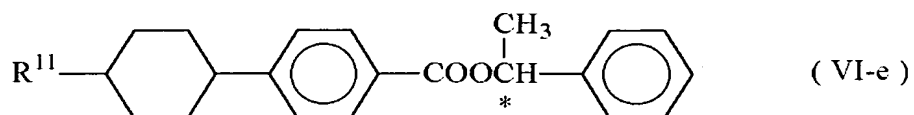
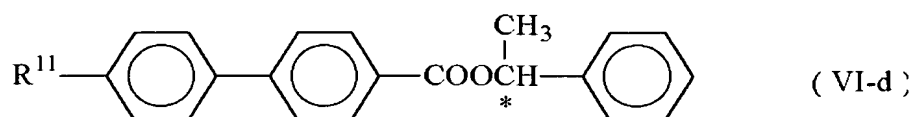
【化11】



(構造式は右端で直接もしくは酸素原子を介して環に連結しているものとする。)  
で表されるアルケニル基がより好ましい。具体的な化合物としては以下の一般式(VI-d)～(VI-g)で表される化合物が特に好ましい。

【0017】

## 【化12】



(式中  $R^{11}$  は炭素原子数1~6のアルキル基、炭素原子数2~6のアルケニル基(基中に存在する1個又は2個以上の  $\text{CH}_2$  基は、0原子が相互に直接結合しないものとして、0で置換されていてもよい)を表す)。

## 【0018】

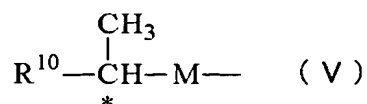
式(I)で表される化合物の添加量としては、5~15質量%であることが好ましく、8~14質量%であることがより好ましい。

一般式(I)の化合物はHTPが大きい化合物であるが、その中でもより大きな化合物が好ましく、具体的にHTPとしては、8以上が好ましく、12以上がより好ましく、16以上が更に好ましい。

## 【0019】

第2成分である一般式(II-a)及び式(II-b)の  $R^2$  及び  $R^4$  は少なくとも一つ以上の不斉炭素原子を有する。具体的には一般式(V)

## 【化13】



(式中、 $R^{10}$ は炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、

### 【0020】

Mは炭素原子数1～5のアルキル基、アルコキシ基を表す。)

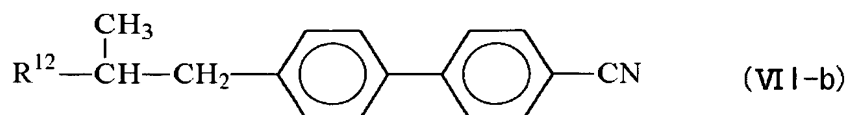
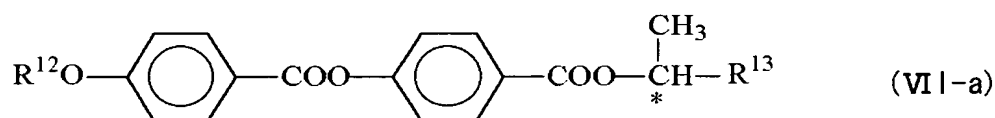
で表される光学活性基が好ましく、 $R^{10}$ は炭素原子数1～8のアルキル基であることが好ましく、Mは炭素原子数1～3のアルキル基であることが好ましい。

一般式 (II-a) 及び式 (II-b) の $R^3$ としては、炭素原子数1～8のアルキル基、炭素原子数2～8のアルケニル基 (該アルキル基又はアルケニル基は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のF、 $CH_3$ 又は $CF_3$ を有することができる) が好ましく、炭素原子数1～8のアルキル基又はアルコキシ基がより好ましい。

### 【0021】

具体的な化合物としては以下の一般式 (VII-a)、(VII-b) で表される化合物が特に好ましい。

### 【化14】



(式中 $R^{12}$ 及び $R^{13}$ は各々独立して、炭素原子数2～8のアルキル基を表す。)

式 (II-a) 及び式 (II-b) で表される化合物のHTPは4以上が好ましく、7以上が更に好ましい。また添加量としては、3～15質量%であることが好ましく、5～11質量%であることがより好ましい。

### 【0022】

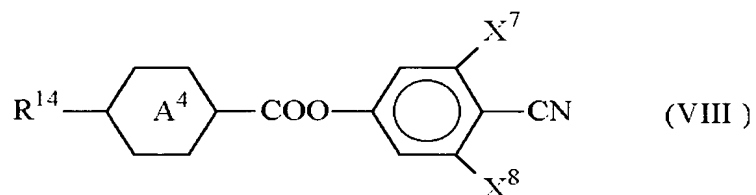
一般式 (II-a) 又は (II-b) の化合物はネマティック液晶に添加したときに誘起される自然ピッチの温度依存性の符号が一般式 (I) と異なる。そのため、一般式 (I) の化合物と組み合わせ、混合比を適宜調整することにより、自然ピッチ

及び選択反射波長の温度依存性を小さくすることができる。

### 【0023】

一般式 (III) の化合物は駆動電圧を下げるために必要な成分である。一般的に駆動電圧を下げるために用いられる化合物としては一般式 (III) の化合物の他に一般式 (VIII)

### 【化15】



(式中、 $R^{14}$ は炭素原子数1～10のアルキル基、炭素原子数2～10のアルケニル基を表し、 $A^4$ は1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基を表し、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ は各々独立して、水素原子、フッ素原子を表す。)

の化合物も良く用いられるが、一般式 (III) の化合物をより多く用いた組成物の方が光学活性化合物の添加量をより低く抑えることができる。

一般式 (III) 中の  $R^5$  としては、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数2～5のアルケニル基 (該アルキル基又はアルケニル基中に存在する1個又は2個以上の  $CH_2$  基は、O原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO又はCOOで置換されていてもよい) が好ましく、その中でも炭素原子数2又は3のアルキル基、炭素原子数2又は3のアルケニル基である化合物が一般式 (III) 中に70質量%以上であることで、光学活性化合物の添加量をより低く抑えることができるため、より好ましい。

### 【0024】

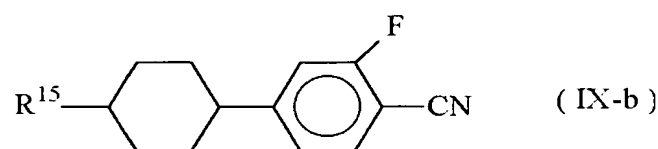
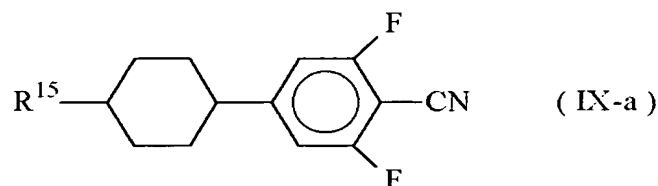
$A^2$  としては1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基 (該1,4-フェニレン基、は非置換であるか又は置換基として1個又は2個以上のFを有することができる) が好ましく、1,4-シクロヘキシレン基がより好ましい。

$X^1$ 、 $X^2$  は水素原子、フッ素原子が好ましく、少なくとも一つ以上がフッ素原子であることがより好ましい。

### 【0025】

具体的な化合物としては以下の一般式(IX-a)～(IX-c)で表される化合物が特に好ましい。

【化 1 6】



(式中R<sup>15</sup>は、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数2～5のアルケニル基(基中に存在する1個又は2個以上のCH<sub>2</sub>基は、0原子が相互に直接結合しないものとして、0で置換されていてもよい)を表す。)

式 (III) で表される化合物の添加量としては、20～50質量%であることが好ましく、23～40質量%であることがより好ましい。

【 0 0 2 6】

双安定型液晶は、通常螺旋軸が基板に対して垂直であるプレーナー状態における選択反射状態を使用する。このとき選択反射光の半値幅 ( $\Delta \lambda$ ) は (式-2)

【数 2】

$$\Delta \lambda = \Delta n \times P \quad (\text{式-2})$$

(式中 $\Delta n$ は液晶組成物の屈折率異方性、Pは自然ピッチを表す。)で表されることが知られている。屈折率異方性の大きな液晶組成物を用いると明るい表示が得られるので、双安定型液晶ではこの屈折率異方性の大きな液晶組成物を用いる。第4成分である一般式 (IV-a) 又は (IV-b) の化合物を添加することにより、この屈折率異方性を大きくすることができる。

## 【0027】

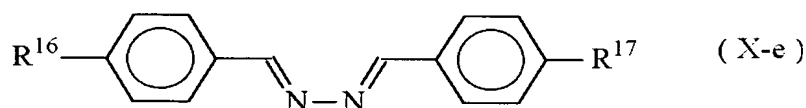
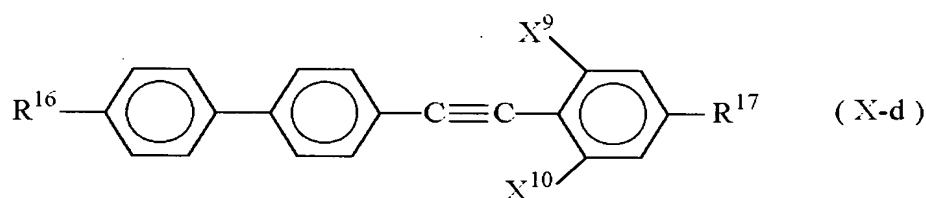
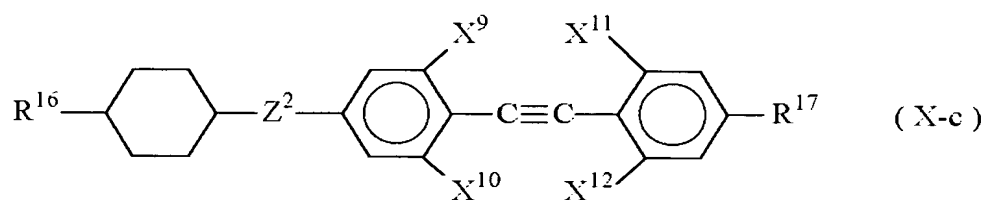
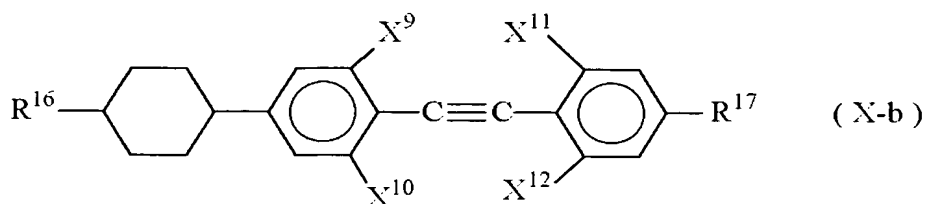
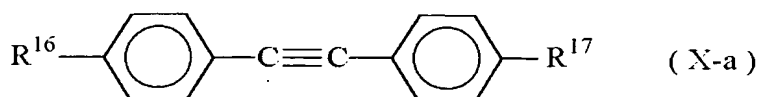
一般式 (IV-a) 及び (IV-b) 中の  $R^6$ 、 $R^7$ 、 $R^8$  及び  $R^9$  としては炭素原子数 1~8 のアルキル基、炭素原子数 2~8 のアルケニル基 (該アルキル基又はアルケニル基中に存在する 1 個又は 2 個以上の  $CH_2$  基は、O 原子が相互に直接結合しないものとして、O、CO 又は COO で置換されていてもよい) が好ましく、炭素原子数 1~5 のアルキル基、炭素原子数 2~5 のアルケニル基 (該アルキル基又はアルケニル基中に存在する 1 個又は 2 個以上の  $CH_2$  基は、O 原子が相互に直接結合しないものとして、O で置換されていてもよい) がより好ましい。

$Z^1$  は、単結合、 $-COO-$  が好ましく、 $X^3$ 、 $X^4$ 、 $X^5$  及び  $X^6$  は水素原子、フッ素原子が好ましく、 $A^3$  は 1,4-フェニレン基、1,4-シクロヘキシレン基 (該 1,4-フェニレン基、は非置換であるか又は置換基として 1 個又は 2 個以上の F、 $CH_3$  又は Cl を有することができる) が好ましく、1,4-シクロヘキシレン基がより好ましい。 $m$  は 1 が好ましい。

## 【0028】

具体的な化合物としては以下の一般式 (X-a) ~ (X-e) で表される化合物が特に好ましい。

## 【化 17】



(式中 $R^{16}$ 及び $R^{17}$ は、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数2～5のアルケニル基(基中に存在する1個又は2個以上の $\text{CH}_2$ 基は、0原子が相互に直接結合しないものとして、0で置換されていてもよい)を表し、 $Z^2$ は、単結合、又は $-\text{COO}-$ を表し、 $\text{X}^9$ 、 $\text{X}^{10}$ 、 $\text{X}^{11}$ 及び $\text{X}^{12}$ は、水素原子、フッ素原子を表す。)

式(IV-a)及び式(IV-b)で表される化合物の添加量としては、20～50質量%であることが好ましく、25～40質量%であることがより好ましい。

## 【0029】

一般式(III)の化合物と一般式(IV-a)及び(IV-b)の化合物との合計は50質量%以上であることが好ましく、60質量%以上であることがより好ましい。本発明の液晶組成物は、一般式(I)の化合物と一般式(II-a)又は(II-b)の化合物の添加量を調整することにより、自然ピッチ、選択反射波長及びその温度



特性を調整することができ、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性を小さくすることができる。25℃における自然ピッチは0.1～3 $\mu$ mが好ましく、0.2～1 $\mu$ mがより好ましい。自然ピッチの温度変化は0～50℃の範囲で20nm以内が好ましく、10nm以内がより好ましく、5nm以内が更に好ましい。

一般式（I）で表される化合物はHTPが大きいため、光学活性化合物の添加量を少なくすることができ、液晶温度範囲が広く、粘性が低く、応答速度の速い組成物を得ることができる。

### 【0030】

また、一般式（I）の化合物のHTPは一般式（II-a）又は（II-b）の化合物のHTPより大きいため、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性を小さくする一般式（I）と一般式（II-a）又は（II-b）の化合物の組み合わせにおいて、一般式（I）の化合物の比率が多い方が、所望の選択反射波長を得るための光学活性化合物の添加量をより少なくすることができる。駆動電圧を低下させるための化合物として一般式（III）の化合物を用いることで、一般式（I）の化合物の比率が多い組み合わせを実現することができ、光学活性化合物の添加量をより少なくすることができる。そのため液晶温度範囲がより広く、粘性がより低く、応答速度がより速い組成物を得ることができる。

本発明の液晶組成物は各種の液晶表示素子に使用されるが、特に双安定型液晶表示素子に適している。本発明の液晶組成物を使用した、双安定型液晶表示素子は動作温度範囲が広く、表示品位の温度変化が少ない液晶表示素子である。

### 【0031】

#### 【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳述するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。また、以下の実施例及び比較例の組成物における「%」は『質量%』を意味する。

実施例中、測定した特性は以下の通りである。

T<sub>ni</sub> : ネマチック相またはコレステリック相－等方性液体相転移温度(℃)

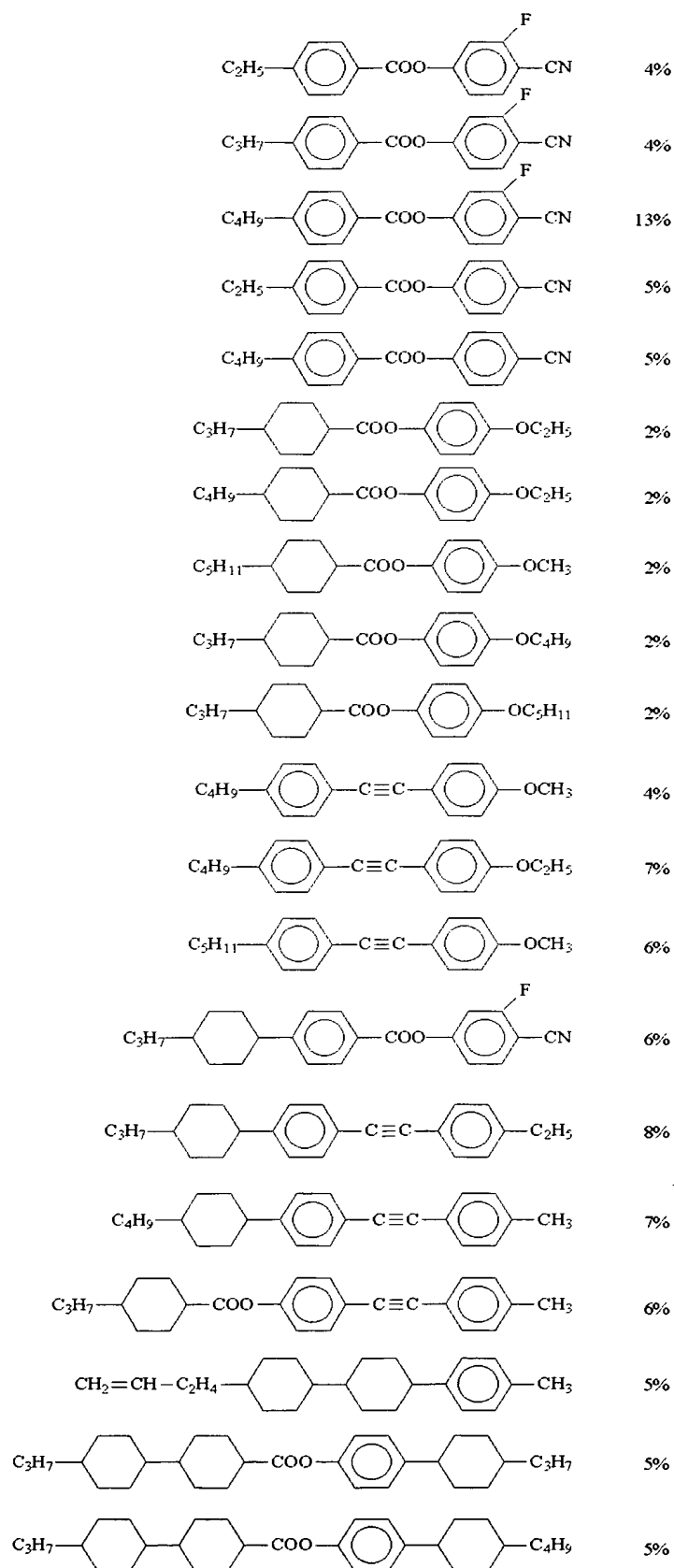
$\Delta n$  : 25℃での液晶組成物の屈折率異方性

### 【0032】

下記式 (XI-a) に示す液晶組成物 (A) に、式 (XI-b) の化合物を1%添加して、ピッチの温度特性を測定した結果、0℃で $5.2\mu\text{m}$ 、25℃で $4.9\mu\text{m}$ 、50℃で $4.8\mu\text{m}$ であった。これより化合物 (XI-a) のHTPは0℃で19.2、25℃で20.4、50℃で20.8であり、ピッチの温度依存性は負である。また、この化合物の捩れ方向は右回りであることをコンタクト法により確認した。次に式 (XI-c) の化合物について同様にして測定したところ、ピッチは0℃で $11.7\mu\text{m}$ 、25℃で $12.3\mu\text{m}$ 、50℃で $13.4\mu\text{m}$ であった。これより化合物 (XI-c) のHTPは0℃で8.5、25℃で8.1、50℃で7.5であり、ピッチの温度依存性は正である。また、この化合物の捩れ方向は化合物 (X-a) と同様右回りであることをコンタクト法により確認した。更に式 (XI-d) の化合物について同様にして測定したところ、ピッチは0℃で $8.9\mu\text{m}$ 、25℃で $9.1\mu\text{m}$ 、50℃で $9.6\mu\text{m}$ であった。これより化合物 (XI-d) のHTPは0℃で11.2、25℃で11.0、50℃で10.4であり、ピッチの温度依存性は正である。また、この化合物の捩れ方向は化合物 (X-a) と同様右回りであることをコンタクト法により確認した。

【 0 0 3 3 】

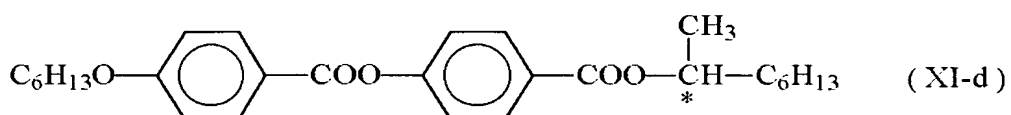
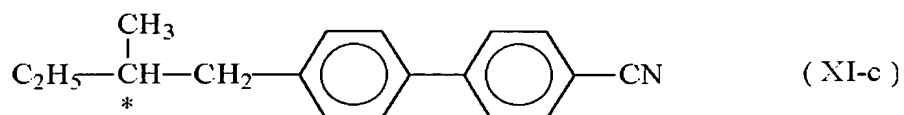
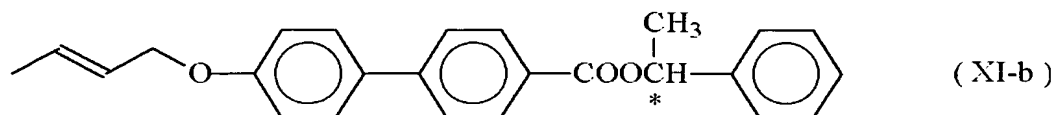
## 【化 18】



( XI-a )

【0034】

【化19】



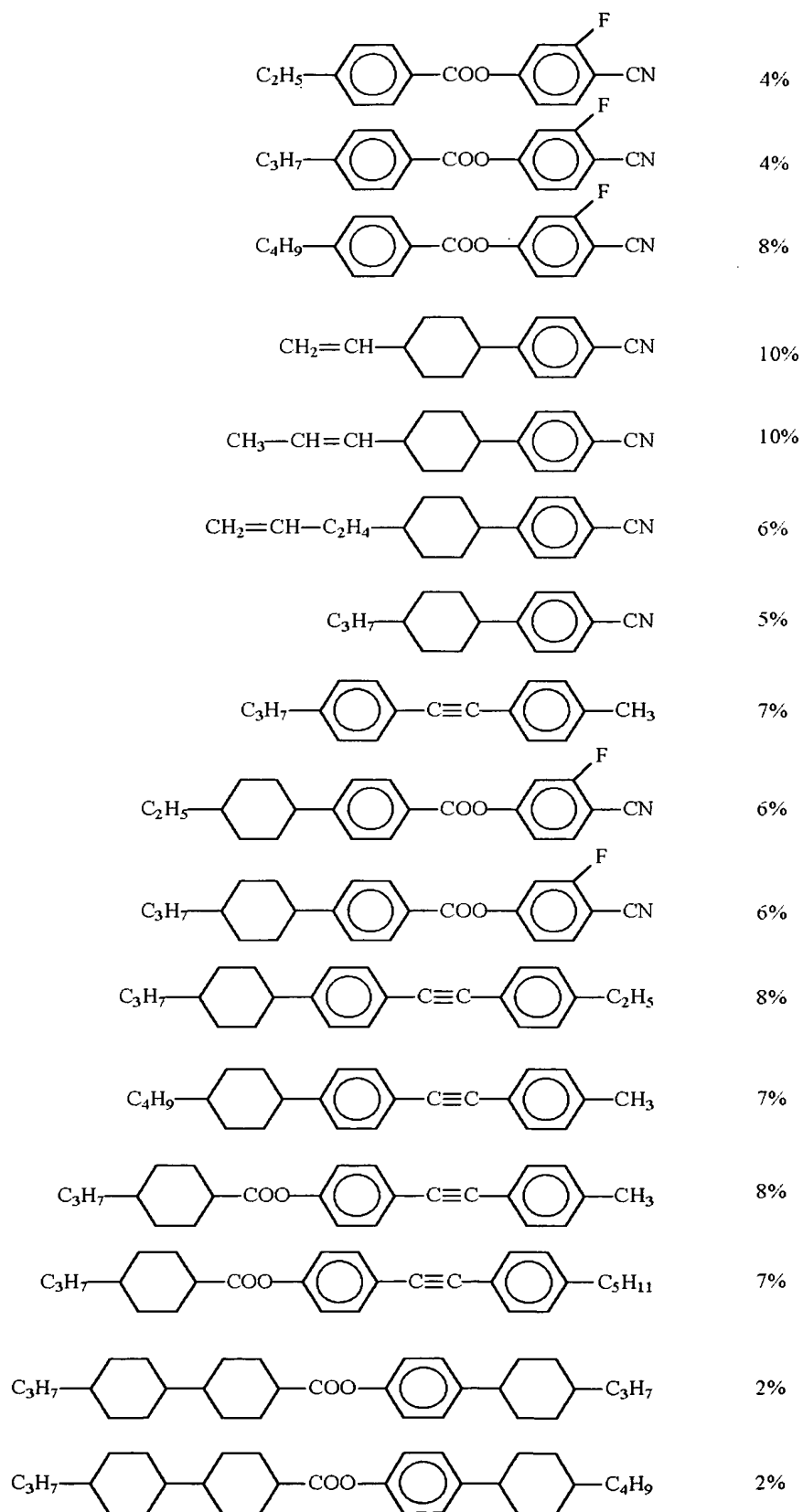
【0035】

(実施例1)

式(XI-e)に示す液晶組成物(B)を調整した。この組成物の転移点は109.8℃、屈折率異方性(Δn)は0.192、しきい値電圧は1.52v(セル厚8.3μm)であった。この液晶組成物(B)と化合物(XI-b)と化合物(XI-c)を84.0:11.2:4.8の比率で混合した液晶組成物(C)を調整した。その液晶組成物(C)の0℃における選択反射波長は569nm、25℃では567nm、50℃では573nmであった。また、転移点は81.2℃であり、光学活性化合物を添加することにより転移点が28.6℃低下した。

【0036】

## 【化 20】



(式 X I - e)

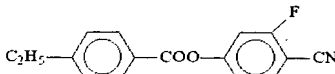
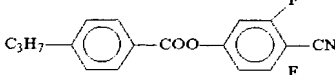
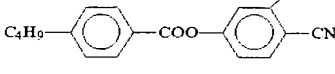
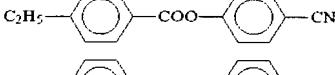
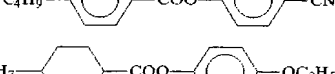
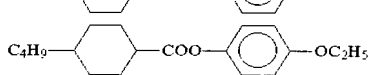
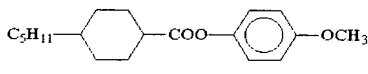
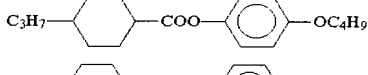
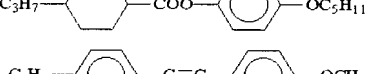
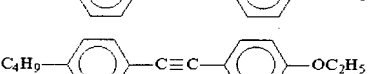
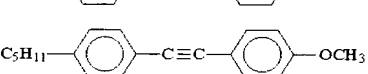
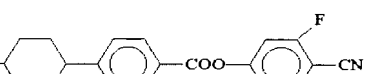
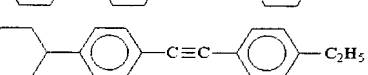
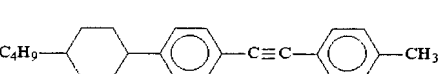
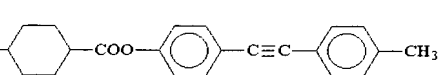
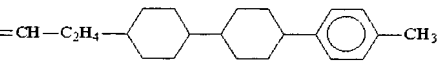
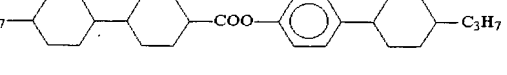
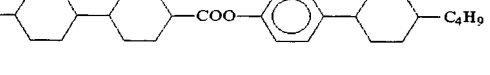
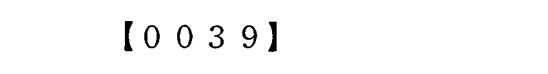
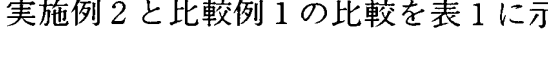
## 【 0 0 3 7 】

(比較例 1)

式 (XI-f) に示す液晶組成物 (D) を調整した。この組成物の転移点は  $116.4^{\circ}\text{C}$ 、屈折率異方性 ( $\Delta n$ ) は 0.194、しきい値電圧は 1.55 v (セル厚  $8.3\mu\text{m}$ ) であった。この液晶組成物 (D) と化合物 (XI-b) と化合物 (XI-c) を 72.9 : 6.4 : 20.7 の比率で混合した液晶組成物 (E) を調整した。その液晶組成物 (E) の  $0^{\circ}\text{C}$  における選択反射波長は 569nm、 $25^{\circ}\text{C}$  では 561nm、 $50^{\circ}\text{C}$  では 571nm であった。また、転移点は  $73.7^{\circ}\text{C}$  であり、光学活性化合物を添加することにより転移点が  $42.7^{\circ}\text{C}$  低下した。

## 【 0 0 3 8 】

【化 2 1】

	4%
	4%
	13%
	5%
	5%
	2%
	2%
	2%
	2%
	2%
	4%
	7%
	6%
	6%
	8%
	7%
	6%
	5%
	5%
	5%

(式×1-f)

【0039】

実施例 2 と比較例 1 の比較を表 1 に示す。

【表 1】

		実施例 1	比較例 1
第 1 成分 (%)		11.2	6.4
第 2 成分 (%)		4.8	20.7
光学活性化合物添加の添加量 (%)		16.0	27.1
第 3 成分 (%)		26.0	0.0
転移点 (°C)		81.3	73.7
光学活性化合物添加による 転移点低下温度 (°C)		28.6	42.7
選択反射波長 (nm)	0°C	569.0	569.0
	25°C	567.0	561.0
	50°C	573.0	571.0

## 【0040】

実施例 1 は比較例 1 に比べ、所望の選択反射波長を得るための光学活性化合物の添加量が少なく、それにより転移点の低下が小さいため、転移点が高いことがわかる。

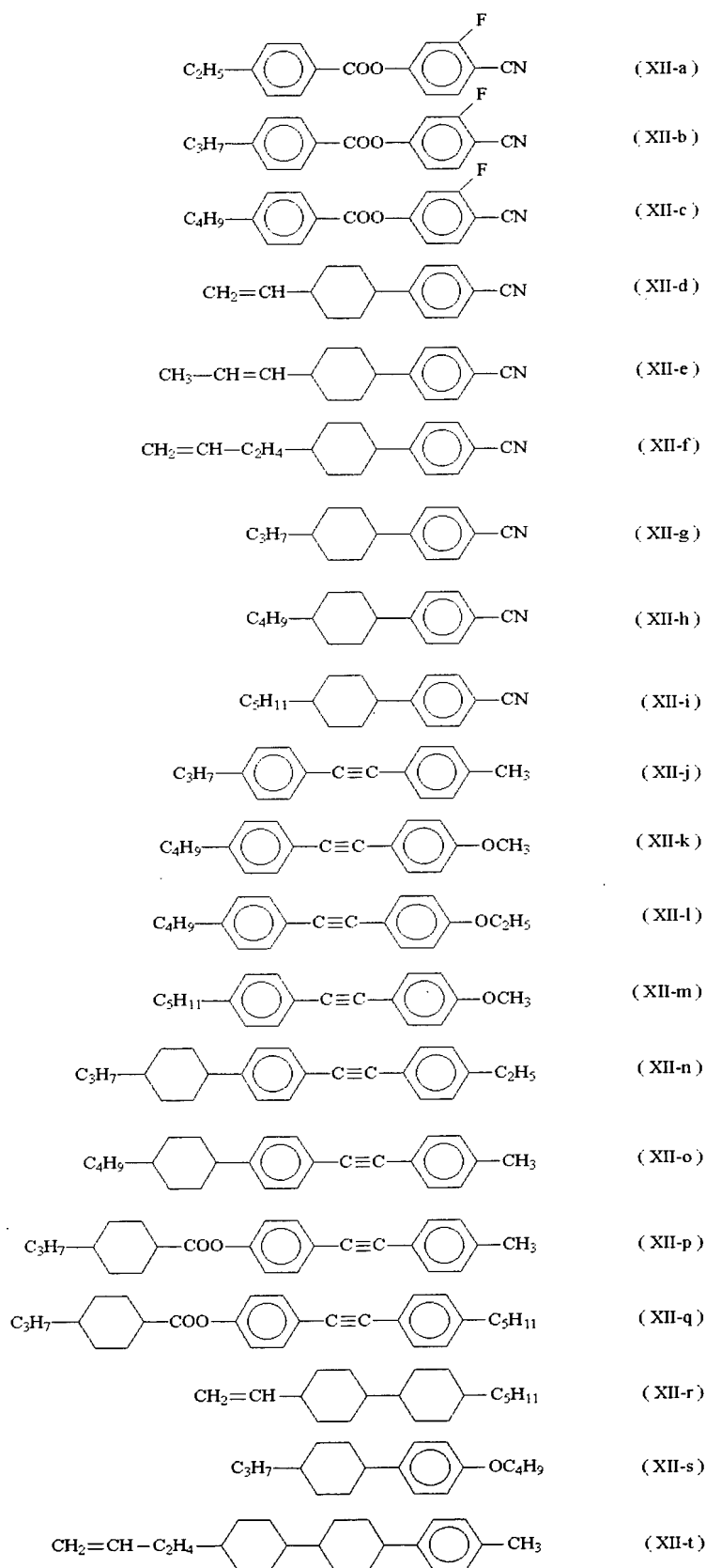
(実施例 2 ～ 4 及び比較例 2 ～ 3)

下記 (XII-a) ～ (XII-u) に示す化合物、及び化合物 (XI-b) と化合物 (XI-c) を、表 2 に示す比率で混合し、液晶組成物 (F) : 実施例 2、液晶組成物 (G) : 実施例 3、液晶組成物 (H) : 実施例 4 を調整した。同様に、液晶組成物 (I) : 比較例 2、液晶組成物 (J) : 比較例 3 を調整しこれらの組成物の選択反射波長の温度依存性を図 1 に示す。

## 【0041】



## 【化 2 2】



【0042】

【表2】

化合物	組成物(F)	組成物(G)	組成物(H)	組成物(I)	組成物(J)
(XI-b)	11.3	11.3	11.3	11.3	11.3
(XI-c)	8.7	8.7	8.7	8.7	8.7
(XII-a)	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
(XII-b)	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
(XII-c)	8.8	6.4	6.4	9.6	12.0
(XII-d)	8.0	0.0	0.0	0.0	0.0
(XII-e)	8.0	0.0	0.0	0.0	0.0
(XII-f)	0.0	8.0	4.0	4.0	0.0
(XII-g)	0.0	8.0	8.0	5.6	4.0
(XII-h)	8.8	0.0	0.0	0.0	0.0
(XII-i)	0.0	8.8	8.8	4.8	4.8
(XII-j)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
(XII-k)	1.6	6.4	7.2	6.4	7.2
(XII-l)	4.0	6.4	7.2	6.4	6.4
(XII-m)	0.0	0.0	0.0	2.4	2.4
(XII-n)	6.4	5.6	5.6	5.6	5.6
(XII-o)	6.4	4.8	4.8	4.8	4.8
(XII-p)	5.6	4.8	4.8	4.8	4.8
(XII-q)	5.6	4.0	4.0	4.0	4.0
(XII-r)	0.0	2.4	0.0	0.0	0.0
(XII-s)	0.0	0.0	4.8	7.2	9.6
(XII-t)	2.4	0.0	0.0	0.0	0.0
第1成分:化合物(I)	11.3	11.3	11.3	11.3	11.3
第2成分:化合物(II-a)	8.7	8.7	8.7	8.7	8.7
第3成分:化合物(III)	24.8	24.8	20.8	14.4	8.8
化合物(VIII)	15.2	12.8	12.8	16	18.4
第4成分:化合物(IV-a)	37.6	40	41.6	42.4	43.2
その他の成分	2.4	2.4	4.8	7.2	9.6

【0043】

化合物(III)の比率が少ない比較例の組成物(I)～(J)は、本件発明の実施例である組成物(F)～(H)、より、選択反射波長の温度依存性が温度上昇に伴い大きく低下している。

【0044】

実施例1より光学活性化合物(XIb)のHTPが大きく、温度依存性は負であり、

(XIc) のHTPは小さく、温度依存性は正であるため、選択反射波長の温度特性を小さくするには、化合物(III)の添加量が少ない場合HTPの小さい光学活性化合物(XIc)の添加量を多くしなければならない為、化合物(III)の添加量が多い組成物の方が光学活性化合物の添加量を少なくすることができることがわかる。

**【0045】**

**【発明の効果】**

本発明の液晶組成物は、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性が小さく、且つ液晶温度範囲の広い組成物であり、双安定型液晶表示素子の表示品位向上に大きな効果がある。また、本発明の液晶組成物を使用することにより動作温度範囲の広い双安定型液晶表示素子を得ることができる。

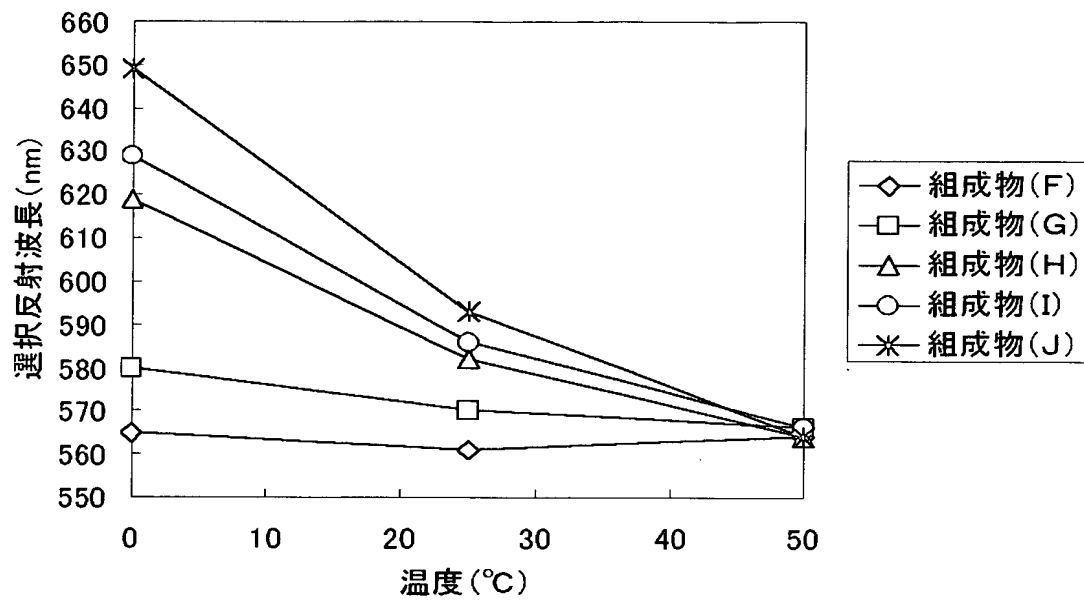
**【図面の簡単な説明】**

**【図1】** 温度と選択反射波長の関係を説明する図である。

【書類名】

図面

【図1】



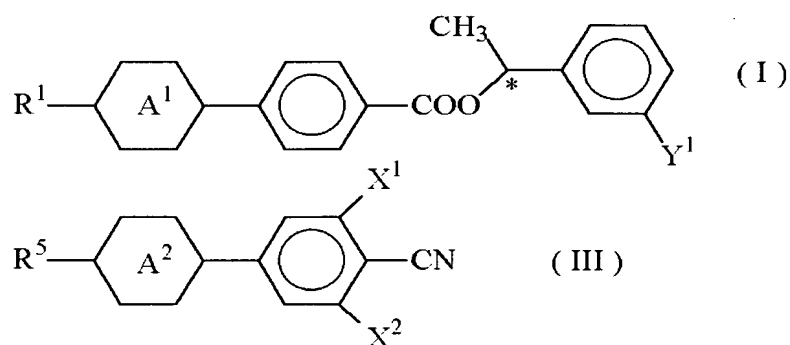
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 双安定型液晶表示素子において、自然ピッチ及び選択反射波長の温度依存性が小さく、少ない光学活性化合物の添加量で所望の選択反射波長が得られ、液晶温度範囲の広い液晶組成物、また該液晶組成物を用いた双安定型液晶表示素子を提供する。

【解決手段】 一般式（I）、一般式（III）

【化1】



をそれぞれ含有し、ネマティック液晶に添加したときに誘起される自然ピッチの温度依存性の符号が一般式（I）と異なる光学活性化合物郡から少なくとも一種以上を含有する液晶組成物及び、これを用いた液晶表示素子。

【選択図】 なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2003-049060
受付番号	50300308988
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 2月27日

### <認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 2月26日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 4 9 0 6 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 8 8 6 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都板橋区坂下 3 丁目 3 5 番 5 8 号

氏 名

大日本インキ化学工業株式会社